

**ISOLASI DAN IDENTIFIKASI ANANIKSANTON DARI EKSTRAK ETIL
ASETAT KULIT AKAR SLATRI (*Calophyllum soulattri*) (CLUSIACEAE)**

**(ISOLATION AND IDENTIFICATION OF ANANIXANTHONE FROM ETHYL
ACETATE EXTRACT OF ROOT BARK OF SLATRI (*Calophyllum soulattri*)
(CLUSIACEAE))**

Dindha Ramah Mulia¹, Nestri Handayani² dan M. Widyo Wartono^{1*}

¹Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Sebelas Maret, Jalan Ir. Sutami No. 36 A Ketingan,
Surakarta, Jawa Tengah, Indonesia.

²Jurusan Farmasi, FMIPA, Universitas Sebelas Maret, Jalan Ir. Sutami No. 36 A Ketingan,
Surakarta, Jawa Tengah, Indonesia.

*email: m.widyo.wartono@gmail.com

Received 14 October 2013, Accepted 10 March 2014, Published 01 September 2014

ABSTRAK

Satu senyawa xanton yaitu ananiksanton (**1**), telah diisolasi untuk pertama kalinya dari ekstrak etil asetat kulit akar *Calophyllum soulattri*. Struktur molekul senyawa tersebut ditentukan berdasarkan data spektroskopi meliputi UV, IR, NMR 1D, dan NMR 2D serta membandingkannya dengan data referensi yang telah dilaporkan.

Kata kunci: ananiksanton, *Calophyllum soulattri*, Clusiaceae, kulit akar

ABSTRACT

A xanthone, named ananixanthone (**1**) has been isolated and identified from the ethyl acetate extract of the root barks of *Calophyllum soulattri*. Structure of the compound was determined based on spectroscopic data, including UV, IR, NMR 1D, NMR 2D and by comparison with references.

Keywords: ananixanthone, *Calophyllum soulattri*, Clusiaceae, root barks

PENDAHULUAN

Calophyllum merupakan salah satu genus dari famili Clusiaceae, terdiri dari sekitar 180-200 spesies (Stevens *et al.*, 1980). Tumbuhan ini banyak tumbuh di dataran rendah dekat pantai dan memiliki sebaran cukup luas di kawasan tropis, salah satunya di Indonesia dengan keragaman spesies terbanyak di Kalimantan bagian utara dan Papua (Sevents *et al.*, 1980). Bagian tumbuhan *Calophyllum* seperti daun, kulit batang dan getahnya telah dimanfaatkan oleh masyarakat secara tradisional untuk mengobati berbagai penyakit (Heyne, 1987). Kajian fitokimia dari genus *Calophyllum* menunjukkan bahwa genus ini kaya dengan senyawa golongan xanton, kumarin, benzodipiron, kromanon, biflavonoid, triterpenoid dan steroid (Noldin *et al.*, 2006; Su *et al.*, 2008). Karakteristik dan keunikan

senyawa yang terkandung dalam tumbuhan *Calophyllum* memperlihatkan berbagai bioaktivitas seperti anti HIV (Laure *et al.*, 2008), anti malaria (Hay *et al.*, 2004), anti kanker (Mah *et al.*, 2012), sebagai insektisida (Syahputra *et al.*, 2007) dan antibakteri (Khan *et al.*, 2002).

Salah satu spesies dari genus *Calophyllum* adalah *Calophyllum soulattri*. Di Indonesia tumbuhan *C. soulattri* juga digunakan sebagai obat tradisional, baik bagian daun, kulit, batang, biji, maupun bunga. Seduhan daunnya dapat digunakan untuk mencuci mata yang meradang, rebusan kulit batang digunakan untuk mengobati penyakit keputihan dan rematik, biji digunakan untuk mengobati kudis, borok, dan penumbuh rambut, seduhan kayu sebagai campuran untuk jamu penguat badan, sementara gelam kayunya sebagai jamu untuk kuda (Heyne, 1987). Beberapa senyawa telah diisolasi dari tumbuhan ini antara lain turunan terpenoid yaitu soulattron A (Nigam *et al.*, 1988) dan friedelin (Mah *et al.*, 2011), Turunan xanton antara lain soulattrin, kaloksanton B, kaloksanton C, makluraksanton, filattrin, brasiksanton dan trapezifoliksanton (Mah *et al.*, 2011; 2012), turunan kumarin yaitu soulamarin (Ee *et al.*, 2011) Sedangkan dari golongan steroid telah berhasil diisolasi senyawa stigmasterol dan β -sitosterol (Mah *et al.*, 2011; 2012).

Kami melaporkan pada tulisan ini isolasi dan identifikasi senyawa ananiksanton (**1**) dari ekstrak Etil asetat kulit akar tumbuhan slatri (*C. soulattri*). Struktur molekul senyawa tersebut ditetapkan berdasarkan analisis spektrum UV, IR, ^1H NMR, ^{13}C NMR, HSQC, HMBC dan ^1H - ^1H COSY, serta didukung oleh data referensi yang telah dilaporkan sebelumnya (Bayma *et al.*, 1998; Ee *et al.*, 2005).

METODE PENELITIAN

Fasa diam untuk kromatografi vakum cair (KVC) menggunakan silika gel Merck Si-gel 60 G. Kromatografi *flash* menggunakan silika gel Kieselgel 60 G (0,04-0,063 mm) 230-400 mesh ASTM (Merck), kromatografi kolom menggunakan sephadex LH-20 0,025-0,1 mm. Analisa KLT menggunakan plat KLT Kieselgel F₂₅₄ 0,25 mm (Merck). Pelarut yang digunakan yaitu *n*-heksana, etil asetat, dan metanol berkualitas teknis yang diredestilasi. Sedangkan, pelarut kloroform dan aseton yang digunakan adalah grade pro analisis. Spektrum UV diukur dengan spektrofotometer UV-Vis Shimadzu 1240 dan IR diukur masing dengan FTIR Shimadzu Prestige-21. Spektrum ^1H dan ^{13}C NMR, ditentukan dengan spektrofotometer Agilent VNMR 500 yang beroperasi pada 500 MHz (^1H) dan 125 MHz (^{13}C) menggunakan standar residu pelarut (CDCl_3).

Bahan tumbuhan berupa kulit akar *C. soulattri* diperoleh dari daerah Magelang dan telah diidentifikasi di Laboratorium Bagian Biologi, Fakultas Farmasi UGM Yogyakarta.

Isolasi

Serbuk kering kulit akar *C. soulattri* sebanyak 1,2 kg direndam selama 3 x 24 jam dengan 6 L Etil asetat. Filtrat yang diperoleh kemudian dievaporasi hingga diperoleh ekstrak kasar sekitar 50 g. Ekstrak Etil asetat kemudian difraksinasi menggunakan KVC sebanyak dua kali proses menggunakan sistem eluen *n*-heksana : Etil asetat dengan sistem gradien. Hasilnya setelah digabung diperoleh 9 fraksi (A-I). Fraksi E kemudian dilakukan pemisahan dengan kromatografi kolom tekan. Sebanyak 1,02 gram fraksi E dipisahkan dengan eluen *n*-heksana : kloroform : aseton dengan sistem gradien dalam silika gel dan diperoleh 8 fraksi (E₁-E₈). Fraksi E₄ (115 mg) dipisahkan kembali dengan kromatografi kolom tekan (d=1 cm) menggunakan eluen *n*-heksana : kloroform : aseton (8:1:1) dan (7,5:1:1,5) dan diperoleh 9 fraksi E_{4a}- E_{4i}. Pada tahap akhir fraksi E_{4e} (71 mg) dilakukan kromatografi kolom sephadex dengan menggunakan pelarut metanol dan dihasilkan 9 fraksi (E_{4e1}-E_{4e9}). Dari fraksi E_{4e9} diperoleh senyawa berupa padatan kuning yang diidentifikasi sebagai senyawa ananiksanton (**1**) sebanyak 13 mg. Senyawa **1** diperoleh berupa padatan berwarna kuning. Spektrum UV (MeOH) λ_{maks} 252, 272 dan 328 nm, IR (KBr) ν_{maks} 3451, 3443, dan 1634 cm⁻¹. ¹H dan ¹³C NMR lihat Tabel 1.

PEMBAHASAN

Senyawa **1** diperoleh berupa padatan berwarna kuning. Spektrum UV menunjukkan serapan maksimum pada λ_{maks} 252, 272 dan 328 nm yang memperlihatkan ciri khas pada senyawa golongan xanton. Sementara spektrum IR menunjukkan bahwa ada 2 pita serapan utama yaitu, pada bilangan gelombang 3453 dan 3443 cm⁻¹ (OH) dan 1650 cm⁻¹ (C=O). Spektrum ¹H NMR menunjukkan 10 sinyal proton, enam sinyal menunjukkan proton aromatik/alkena sedangkan sisanya merupakan proton alkana. Proton aromatik ditunjukkan oleh δ_{H} 7,78 (*dd*, *J* = 8,0 dan 1,5 Hz), 7,31 (*dd*, *J* = 8,0 dan 1,5 Hz) dan 7,25 ppm (*t*, *J* = 8,0 Hz). Proton alkena ditunjukkan oleh puncak pada δ_{H} 6,80 (*d*, *J* = 9,95 Hz); 5,64 ppm (*d*, *J* = 9,95 Hz) dan δ_{H} 5,26 ppm (*t*). Sedangkan empat gugus metil ditunjukkan oleh puncak pada δ_{H} 1,83 (*s*, 3H), 1,7 (*s*, 3H) dan 1,5 (*s*, 6H). Satu puncak pada 3,37 (*d*, 2H) merupakan alkana pada gugus isoprenil bebas.

Spektrum ¹³C NMR menunjukkan 22 puncak yang merepresentasikan adanya 23 atom karbon pada senyawa **1**. Spektrum ini merupakan ciri khas senyawa xanton yang

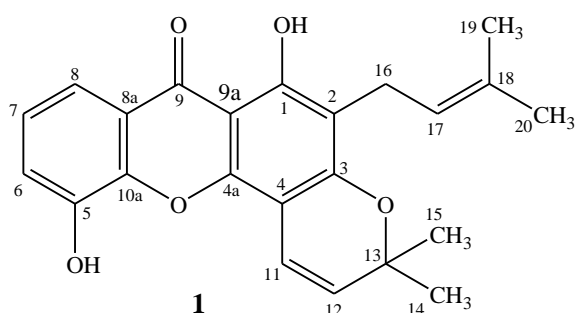
tersubstitusi oleh dua gugus isoprenil. Gugus karbonil ditunjukkan oleh δ_C 180,8 ppm sedangkan lima karbon oksiaril ditunjukkan oleh puncak-puncak pada δ_C 160,5; 158,6; 149,2; 144,3 dan 144,1 ppm. Lima karbon aromatik/alkena kuartener ditunjukkan oleh δ_C 131,7; 120,1; 112,2; 103,2 dan 100,6. Enam karbon metin ditunjukkan spektrum pada δ_C 127,4; 123,9; 121,9; 120,1; 116,9 dan 115 ppm. Karbon kuartener teroksigenasi ditunjukkan oleh δ_C 78,1 ppm. Empat gugus metil ditunjukkan oleh puncak pada δ_C 28,2 (2C); 25,8 dan 17,9 ppm. satu karbon metilen yaitu pada δ_C 21,2 ppm. Korelasi HSQC ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. ^1H dan ^{13}C NMR senyawa ananiksanton (**1**).

No. C	δ_C (ppm)	δ_H (ppm, $\sum H\ m, j$)(korelasi H-C dengan HSQC)
1	160,5	
2	112,2	
3	158,6	
4	100,6	
4a	149,2	
5	144,3	
6	120,1	7,31 (1H, <i>dd</i> , $J = 8$ & 1,5 Hz)
7	123,9	7,25 (1H, <i>t</i> , $J = 8$ Hz)
8	116,9	7,78 (1H, <i>dd</i> , $J = 8$ & 1,5 Hz)
8a	120,1	
9	180,8	
9a	103,2	
10a	144,1	
11	115	6,80 (1H, <i>d</i> , $J = 10$ Hz)
12	127,4	5,64 (1H, <i>d</i> , $J = 10$ Hz)
13	78,1	
14/15	28,2	1,50 (6H, <i>s</i>)
16	21,2	3,37 (2H, <i>d</i>)
17	121,9	5,26 (1H, <i>t</i>)
18	131,7	
19	25,8	1,83 (3H, <i>s</i>)
20	17,9	1,70 (3H, <i>s</i>)

Data HMBC menunjukkan bahwa gugus metil pada δ_H 1,83 dan 1,7 ppm saling berkorelasi, proton pada metil ini juga berkorelasi karbon pada δ_C 131,7 dan 121,9 ppm. Sementara itu proton triplet pada δ_H 5,26 ppm berkorelasi dengan kedua metil sedangkan proton metilen pada δ_H 3,37 ppm berkorelasi dengan kedua karbon alkena dan dengan δ_C 112,2 ppm. Hal ini menunjukkan adanya gugus isoprenil bebas yang terikat pada C2.

Proton metilen pada δ_H 3,37 ppm juga berkorelasi dengan karbon-karbon pada posisi C1 (δ_C 160,5 ppm) dan C3 (158,6 ppm). Gugus piran ditunjukkan oleh spektrum proton metil pada δ_H 1,5 ppm yang berkorelasi dengan karbon pada δ_C 78,1; 127,4 dan 115 ppm. Pada spektrum ini juga terlihat dua sinyal proton metin alkena pada δ_H 6,80 ppm (*d*, $J = 9,95$ Hz); 5,64 ppm (*d*, $J = 9,95$ Hz) tetapan kopling ini menunjukkan adanya sistem cis vinilik. sedangkan adanya korelasi proton alkena yang pada cincin piran δ_H 6,80 ppm dengan karbon pada δ_C 158,6 ppm dan proton pada δ_H 5,64 ppm berkorelasi dengan karbon kuartener δ_C 100,6 ppm menunjukkan bahwa cincin piran tersubstitusi pada posisi C-3 (δ_C 158,6 ppm) dan C-4 (δ_C 100,6 ppm), Seperti ditunjukkan dalam Gambar 1.



Gambar 1. Struktur ananixanton

Spektrum 1H NMR juga menunjukkan sinyal proton-proton aromatik yaitu pada δ_H 7,78 ppm (H-8); 7,31 ppm (H-6) [*dd*, $J = 8,0$ dan $1,5$ Hz] dan 7,25 ppm (H-7) [*t*, $J = 8,0$ Hz] yang sesuai untuk struktur benzena tersubstitusi 1,2 dan 3. Spektrum COSY juga menunjukkan bahwa H-7 berkorelasi dengan H-6 dan H-8, sementara H-8 hanya berkorelasi dengan H-7, sementara H-6 hanya berkorelasi dengan H7 saja. Pada spektrum HMBC proton aromatik pada δ_H 7,78 ppm menunjukkan korelasi dengan sinyal karbon dari karbonil (δ_C 180,8 ppm), satu buah karbon kuartener aromatik (δ_C 120,1 ppm) dan satu buah karbon oksiaril (δ_C 144,1 ppm). Dari data ini menunjukkan bahwa proton aromatik pada δ_H 7,78 ppm terletak pada C-8. Sinyal proton pada δ_H 7,25 ppm juga memiliki korelasi dengan karbon oksiaril (δ_C 144,27 ppm), yang diindikasikan merupakan karbon yang tersubstitusi oleh gugus OH pada posisi C-5. Berdasarkan hasil analisis data yang telah dijabarkan di atas, maka struktur senyawa yang disarankan adalah ananixanton (**1**) dengan rumus molekul $C_{23}H_{22}O_5$ (BM = 378). Berdasarkan literatur, senyawa ini pernah diisolasi dari ekstrak Etil asetat kulit batang *Symphonia globulifera* yang diperoleh dari Brazil (Bayma *et al.*, 1998) dan dari ekstrak *n*-heksan kulit batang *Mesua daphnifolia* yang diperoleh dari Malaysia (Ee *et al.*, 2005).

KESIMPULAN

Isolasi senyawa bahan alam dari ekstrak kulit akar slatri (*Calophyllum soulattri*) diperoleh senyawa ananiksanton, senyawa ini diperoleh untuk pertamakalinya dari tumbuhan slatri.

TERIMA KASIH

Terima kasih kami sampaikan pada Prof. Dr. Yana Maolana Syah, yang telah membantu dalam pengukuran spektrum NMR di ITB Bandung.

DAFTAR PUSTAKA

- Bayma, J.C., Aruda, M.S.P., and Neto. M.S., 1998, A Prenylated Xanthone from The Bark of *Symphonia globulifera*, *Phytochemistry*, vol. 49, no. 4, pp. 1159-1160.
- Ee, G.C.L., Lim, C.K., and Rahmat, A., 2005, Structure-Activity Relationship of Xanthenes from *Mesua daphnifolia* and *Gracinia nitida* towards Human Estrogen Receptor Negative Breast Cancer Cell Line, *Natural Product Sciences*, vol. 11, no. 4, pp. 220-224.
- Ee, G.C.L., Mah, S.H., Teh, S.S., Rahmani, M., Go R., and Taufiq-Yap, Y.H., 2011, Soulamarin, a New Coumarin from Stem Bark of *Calophyllum soulattri*, *Molecules*, vol. 16, pp. 9721-9727.
- Hay, A.E., Helesbeux, J.J., Duval, O., Laba, M., Grellier, P., and Richomme, P., 2004, Antimalarial Xanthenes from *Calophyllum caledonicum* and *Garcinia vieillardii*, *Life Sciences*, vol 75, pp. 3077–3085.
- Heyne, K., 1987, *Tumbuhan Berguna Indonesia (Terjemahan)*, Jilid 3, Badan Litbang Kehutanan, Jakarta.
- Khan, M.R., Kihara, M., and Omoloso, A.D., 2002, Antimicrobial Activity of *Calophyllum soulattri*, *Fitoterapia*, vol. 73, pp. 741-743.
- Laure, F., Raharivelomanana, P., Franc, J., Butaud, O., Bianchini, J.P., and Gaydou, E.M., 2008, Screening of Anti-HIV-1 Inophyllums by HPLC–DAD of *Calophyllum inophyllum* Leaf Extracts from French Polynesia Islands, *Analytica Chimica Acta*, vol. 624, pp. 147–153.
- Mah, S.H., Ee, G.C.L., Rahmani, M., Yun, H.T, Sukari, M.A., and Teh, S.S, 2011, A New Pyranoxanthone from *Calophyllum soulattri*, *Molecules*, vol. 16, pp. 3999-4004.
- Mah, S.H., Ee, G.C.L., Teh, S.S., Rahmani, M, Lim, Y.M., and Go, R., 2012, Phylatrin, A New Cytotoxic Xanthone from *Calophyllum soulattri*, *Molecules*, vol. 17, pp. 8303-8311.
- Nigam, S.K., Banerji, R., Rebuffat, S., Cesario, M., Pawards, C., and Bodo, B., 1988, Soulattrone A, A C₂₄ Terpenoid from *Calophyllum Soulattri*, *Phytochemistry*, vol. 27, no. 2, pp. 527-530.
- Noldin, V.F., Isaias D.B, and Filho, V.C., 2006, *Calophyllum* Genus: Chemical and Pharmacological Importance, *Química Nova*, vol. 29, pp. 549-554.

- Stevens, P.F., 1980, A Revision of The Old World Species of *Calophyllum* (*Guttiferae*), *Journal of The Arnold Arboretum*, vol. 61, pp. 117-699.
- Su, X.H., Zhang, M.L., Li, L.G., Huo, C.H., Gu, Y.C., and Shi, Q.W., 2008, Chemical Constituents of The Plants of The Genus *Calophyllum*, *Chemistry and Biodiversity*, vol. 5, pp. 2579-2608.
- Syahputra, E., Prijono, D., and Dono. D., 2007, Sediaan Insektisida *Calophyllum soulattri*; Aktivitas Insektisida dan Residu terhadap Larva *Crocidolomia pavonana* dan Keamanan pada Tanaman, *J.H.P.T Tropika*, vol. 7, no.1, pp. 21-29.